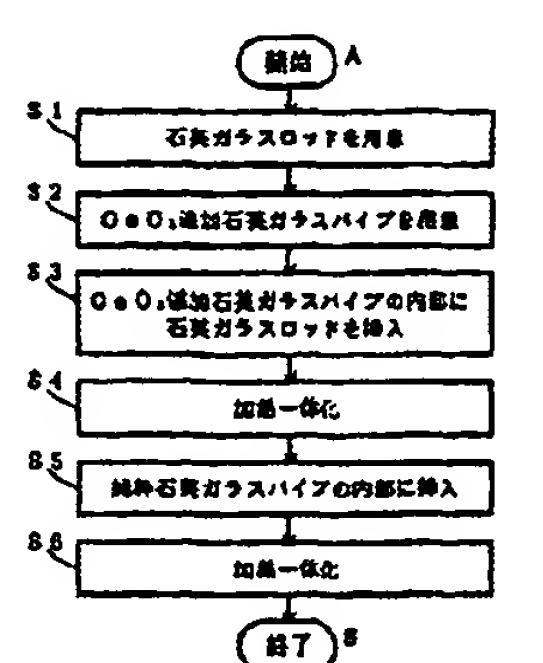




(51) 国際特許分類6 C03B 37/012, G02B 6/22	A1	(11) 国際公開番号 WO99/40037 (43) 国際公開日 1999年8月12日(12.08.99)																
(21) 国際出願番号 PCT/JP98/05181 (22) 国際出願日 1998年11月18日(18.11.98) (30) 優先権データ 特願平10/22307 1998年2月3日(03.02.98) JP 特願平10/49472 1998年3月2日(02.03.98) JP (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.)(JP/JP) 〒541-0041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号 Osaka, (JP) (72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 大西正志(ONISHI, Masashi)(JP/JP) 横山佳生(YOKOYAMA, Yoshio)(JP/JP) 平野正晃(HIRANO, Masaaki)(JP/JP) 〒244-8588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa, (JP)	(74) 代理人 弁理士 長谷川芳樹, 外(HASEGAWA, Yoshiki et al.) 〒104-0031 東京都中央区京橋二丁目13番10号 京橋ナショナルビル6F 創英国際特許法律事務所 Tokyo, (JP) (81) 指定国 AU, CN, JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE) 添付公開書類 国際調査報告書 1895																	
(54) Title: METHOD OF MANUFACTURING OPTICAL FIBER BASE MATERIAL (54) 発明の名称 光ファイバ母材製造方法 (57) Abstract A method of manufacturing an optical fiber base material, comprising preparing (step S2) a GeO ₂ -added fused quartz pipe of a high refractive index, inserting (step S3) an F element-added cylindrical fused quartz rod into the inner side of the GeO ₂ -added fused quartz pipe, uniting (step S4) the GeO ₂ -added fused quartz pipe in an inserted state and fused quartz rod to one piece by heating the same, inserting (step S5) the resultant product into the inside of a pure fused quartz pipe, and thermally uniting (step S6) them to one piece.  <pre>graph TD A([開始 A]) --> S1[S1: 石英ガラスロッドを用意] S1 --> S2[S2: O・O, 添加石英ガラスパイプを用意] S2 --> S3[S3: O・O, 添加石英ガラスパイプの内部に 石英ガラスロッドを挿入] S3 --> S4[S4: 加熱一体化] S4 --> S5[S5: 純粋石英ガラスパイプの内部に挿入] S5 --> S6[S6: 加熱一体化] S6 --> B([終了 B])</pre> <table border="0"><tr><td>A ...</td><td>START</td></tr><tr><td>B ...</td><td>END</td></tr><tr><td>S1 ...</td><td>PREPARE A FUSED QUARTZ ROD</td></tr><tr><td>S2 ...</td><td>PREPARE A GeO₂-ADDED FUSED QUARTZ PIPE</td></tr><tr><td>S3 ...</td><td>INSERT THE FUSED QUARTZ ROD INTO THE INSIDE OF THE GeO₂-ADDED FUSED QUARTZ PIPE</td></tr><tr><td>S4 ...</td><td>HEAT AND UNITE TO ONE PIECE THE ROD AND PIPE</td></tr><tr><td>S5 ...</td><td>INSERT THE RESULTANT ROD AND PIPE INTO THE INSIDE OF A PURE FUSED QUARTZ PIPE</td></tr><tr><td>S6 ...</td><td>THERMALLY UNITE THE RESULTANT PRODUCT TO ONE PIECE</td></tr></table>			A ...	START	B ...	END	S1 ...	PREPARE A FUSED QUARTZ ROD	S2 ...	PREPARE A GeO ₂ -ADDED FUSED QUARTZ PIPE	S3 ...	INSERT THE FUSED QUARTZ ROD INTO THE INSIDE OF THE GeO ₂ -ADDED FUSED QUARTZ PIPE	S4 ...	HEAT AND UNITE TO ONE PIECE THE ROD AND PIPE	S5 ...	INSERT THE RESULTANT ROD AND PIPE INTO THE INSIDE OF A PURE FUSED QUARTZ PIPE	S6 ...	THERMALLY UNITE THE RESULTANT PRODUCT TO ONE PIECE
A ...	START																	
B ...	END																	
S1 ...	PREPARE A FUSED QUARTZ ROD																	
S2 ...	PREPARE A GeO ₂ -ADDED FUSED QUARTZ PIPE																	
S3 ...	INSERT THE FUSED QUARTZ ROD INTO THE INSIDE OF THE GeO ₂ -ADDED FUSED QUARTZ PIPE																	
S4 ...	HEAT AND UNITE TO ONE PIECE THE ROD AND PIPE																	
S5 ...	INSERT THE RESULTANT ROD AND PIPE INTO THE INSIDE OF A PURE FUSED QUARTZ PIPE																	
S6 ...	THERMALLY UNITE THE RESULTANT PRODUCT TO ONE PIECE																	

(57)要約

高屈折率の管形状のGeO₂添加石英ガラスパイプを作製し（ステップS 2）、F元素が添加された円柱形状の石英ガラスロッドをこのGeO₂添加石英ガラスパイプの内側に挿入し（ステップS 3）、その挿入状態にあるGeO₂添加石英ガラスパイプおよび石英ガラスロッドを加熱し一体化する（ステップS 4）。さらに、これを純粋石英ガラスパイプの内側に挿入し（ステップS 5）、加熱一体化して（ステップS 6）、光ファイバ母材を製造する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SG	シンガポール
AL	アルバニア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SI	スロヴェニア
AM	アルメニア	FR	フランス	LR	リベリア	SK	スロヴァキア
AT	オーストリア	GA	ガボン	LS	レソト	SL	シエラ・レオネ
AU	オーストラリア	GB	英国	LT	リトアニア	SN	セネガル
AZ	アゼルバイジャン	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SZ	スワジランド
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	TD	チャード
BB	バルバドス	GH	ガーナ	MC	モナコ	IG	トーゴ
BE	ベルギー	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BF	ブルキナ・ファソ	CN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BG	ブルガリア	CW	ギニア・ビサウ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TR	トルコ
BJ	ベナン	GR	ギリシャ		共和国	TT	トリニダード・トバゴ
BR	ブラジル	HR	クロアチア	ML	マリ	UA	ウクライナ
BY	ベラルーシ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	UG	ウガンダ
CA	カナダ	ID	インドネシア	MR	モリタニア	US	米国
CF	中央アフリカ	IE	アイルランド	MW	マラウイ	UZ	ウズベキスタン
CG	コンゴ	IL	イスラエル	MX	メキシコ	VN	ヴェトナム
CH	スイス	IN	インド	NE	ニジェール	YU	ユーゴスラビア
CI	コートジボワール	IS	アイスランド	NL	オランダ	ZA	南アフリカ共和国
CM	カメルーン	IT	イタリア	NO	ノルウェー	ZW	ジンバブエ
CN	中国	JP	日本	NZ	ニュージーランド		
CU	キューバ	KE	ケニア	PL	ポーランド		
CY	キプロス	KG	キルギスタン	PT	ポルトガル		
CZ	チェコ	KP	北朝鮮	RO	ルーマニア		
DE	ドイツ	KR	韓国	RU	ロシア		
DK	デンマーク	KZ	カザフスタン	SD	スーダン		
EE	エストニア	LC	セントルシア	SE	スウェーデン		

明細書

光ファイバ母材製造方法

技術分野

- 5 本発明は、線引により光ファイバを得ることができる光ファイバ母材の製造方法に関する。

背景技術

- 10 分散シフト光ファイバは、波長分散値が零となる零分散波長を $1.55\mu\text{m}$ 付近に有するものであり、その一種に、中心コア領域の周囲に高屈折率のリングコア領域があり、そのリングコア領域の周囲にクラッド領域があるものがある。このようなリング型構造の屈折率プロファイルを有する分散シフト光ファイバは、同様の屈折率プロファイルを有する光ファイバ母材を線引して製造される。

- 15 このような光ファイバ母材の屈折率プロファイルは、石英ガラスからなる光ファイバの中心コア領域となるべき中心コア部と GeO_2 （二酸化ゲルマニウム）を含む石英ガラスからなる光ファイバのリングコア領域となるべきリングコア部により実現され得る。また、光ファイバ母材は、一般にVAD（vapour-phase axial deposition）法やOVD（outside vapour deposition）法などにより製造される。

20 発明の開示

- しかしながら、VAD法やOVD法により上記屈折率プロファイルを有する光ファイバ母材を製造するには、 CF_4 ガスおよび SiF_4 ガス等のF元素添加用ガスを導入して中心コア部にF元素を添加するが、その際にリングコア部にもF元素が添加される。高屈折率とすべきリングコア部にF元素が添加されると全体の屈折率が低下し、所望の屈折率プロファイルが得られず、所望のファイバ特性が得られない。また、この対策として、リングコア部の GeO_2 濃度を大きくすると、光フ
- 25

ファイバの伝送損失が大きくなり、かつ、非線形光学現象が発生し易くなる。

本発明は、上記問題点を解消する為になされたものであり、中心コア部にF元素が添加されたリング型構造の屈折率プロファイルを有する光ファイバ母材を好適に製造することができる光ファイバ母材製造方法を提供することを目的とする。

5 本発明に係る光ファイバ製造方法は、(1)純粋石英ガラスの屈折率より大きい屈折率を有する領域を含む管形状の石英ガラスパイプの内側に、F元素が添加された円柱形状の石英ガラスロッドを挿入する挿入工程と、(2)挿入工程により挿入状態にある石英ガラスパイプおよび石英ガラスロッドを加熱し一体化する加熱一体化工程とを備えることを特徴とする。

10 この光ファイバ製造方法によれば、光ファイバの低屈折率の中心コア領域となるべき石英ガラスロッドに所望量のF元素が添加される一方で、光ファイバの高屈折率のリングコア領域となるべき石英ガラスパイプにはF元素が添加されることはなく、所望のリング型構造の屈折率プロファイルを有する光ファイバ母材を容易に製造することができる。

15 本発明に係る光ファイバ製造方法における石英ガラスパイプは、(a)出発パイプの外周面上に GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、(b)出発パイプの外周面上のスス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、(c)透明ガラス体のうち出発パイプの部分を除去して石英ガラスパイプを作製する除去工程とから作製されるものが好適である。あるいは、(a)ロッド状の GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、(b)スス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、(c)透明ガラス体の中心軸に沿って穿孔して石英ガラスパイプを作製する穿孔工程とから作製される石英ガラスパイプも好適である。また、(a)出発ロッドの外周面上に GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、(b)スス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、(c)透明ガラス体のうち出発ロッドの部分を除去して石英ガラスパイプを作製する除去工程とから作製される石英ガラスパイプも好適で

25

ある。さらに、(a)ロッド状の GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、(b)スス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、(c)透明ガラス体を軟化温度以上に加熱してその中心軸に沿ってこの軟化温度より融点の高いロッドを挿入することにより石英ガラスパイプを作成するパイプ化工程とから作成される石英ガラスパイプもまた好適である。これら何れの作製方法によっても、純粋石英ガラスの屈折率より大きい屈折率を有する GeO_2 が添加された石英ガラスパイプが作製される。

本発明は以下の詳細な説明および添付図面によりさらに十分に理解可能となる。これらは単に例示のために示されるものであって、本発明を限定するものと考え

るべきではない。

本発明のさらなる応用範囲は、以下の詳細な説明から明らかになるだろう。しかしながら、詳細な説明および特定の事例は本発明の好適な実施形態を示すものではあるが、例示のためにのみ示されているものであって、本発明の思想および範囲における様々な変形および改良はこの詳細な説明から当業者にとって自明であることは明らかである。

図面の簡単な説明

図1は、本発明に係る光ファイバ母材製造方法により好適に製造される光ファイバ母材を線引して得られる光ファイバの屈折率プロファイルを説明する図である。

図2は、本発明に係る光ファイバ母材製造方法の好適な実施形態を説明するフローチャートである。

図3A～図3Fは、図2の各工程それぞれの終了時点における石英ガラスパイプおよび石英ガラスロッドの横断面図である。

図4は、石英ガラスパイプの作製方法の第1の実施形態を説明するフローチャートである。

図5A～図5Cは、図4の各工程それぞれの終了時点における石英ガラスパイプの横断面図である。

図6は、石英ガラスパイプの作製方法の第2の実施形態を説明するフローチャートである。

5 図7A～図7Cは、図6の各工程それぞれの終了時点における石英ガラスパイプの横断面図である。

図8は、石英ガラスパイプの作製方法の第3の実施形態を説明するフローチャートである。

10 図9A～図9Dは、図8の各工程それぞれの終了時点における石英ガラスパイプの横断面図である。

図10は、石英ガラスパイプの作製方法の第4の実施形態を説明するフローチャートである。

図11A～図11Dは、図10の各工程それぞれにおける石英ガラスパイプの縦断面図である。

15 図12A～図12D、図13A～図13Cは、それぞれ本発明に係る光ファイバ母材製造方法により好適に製造される光ファイバ母材の他の屈折率プロファイルを示す図である。

発明を実施するための最良の形態

20 以下、添付図面を参照して本発明の実施の形態を詳細に説明する。尚、図面の説明において同一の要素には同一の符号を付し、重複する説明を省略する。

25 先ず、本発明に係る光ファイバ母材製造方法により製造される光ファイバ母材を線引して得られる光ファイバについて説明する。図1は、この光ファイバの屈折率プロファイルを示す図である。屈折率プロファイルは、光ファイバの光軸に直交する横断面方向における屈折率分布を示すものである。

この図に示す光ファイバは、光軸を含む中心の領域に屈折率 n_1 の中心コア領域

域 1 1 (外径2a) を有し、その周囲に屈折率 n_2 のリングコア領域 1 2 (外径2b) を有し、さらにその周囲に屈折率 n_3 のクラッド領域 1 3 (外径2c) を有する。リングコア領域 1 2 の屈折率 n_2 は、中心コア領域 1 1 の屈折率 n_1 およびクラッド領域 1 3 の屈折率 n_3 の何れよりも大きい。中心コア領域 1 1 の外径2aは、数 μm であり、リングコア領域 1 2 の外径2bは、数 μm ～10 μm 程度であり、クラッド領域 1 3 の外径2cは、通常125 μm である。また、クラッド領域 1 3 の屈折率 n_3 を基準とした中心コア領域 1 1 の比屈折率差 $\Delta n^-=(n_1-n_3)/n_3$ は、-1%～0%であり、同じくクラッド領域 1 3 の屈折率 n_3 を基準としたリングコア領域 1 2 の比屈折率差 $\Delta n^+=(n_2-n_3)/n_3$ は、0.2～1.5%程度である。このような屈折率プロファイル

5

10

を有する光ファイバを線引により作製する元となる光ファイバ母材もこれと同様の屈折率プロファイルを有する。

次に、本発明に係る光ファイバ母材製造方法の好適な実施形態について、図 2 および図 3 A～図 3 Fを用いて説明する。図 2 は、本実施形態の光ファイバ母材製造方法を説明するフローチャートである。図 3 A～図 3 Fは、本実施形態の光ファイバ母材製造方法の各工程それぞれの終了時点における光ファイバ母材の原材料あるいは中間生成物である石英ガラスパイプ 2 0 および石英ガラスロッド 1 0 の断面図である。

15

最初にステップ S 1 では、図 3 Aに示されるような石英ガラスロッド 1 0 を用意する。この石英ガラスロッド 1 0 は、図 1 に示される屈折率プロファイルを有する光ファイバの低屈折率の中心コア領域 1 1 となるべきものであり、例えば、径40mm程度で長さ300mm程度の円柱形状であり、 SiO_2 ガラスを主成分として F 元素が添加されている。その F 元素濃度は、0.1wt%～2wt%程度である。この石英ガラスロッド 1 0 は、例えば公知の VAD 法で SiO_2 のスス体を作製し、このスス体を SiF_4 、 Cl_2 および He 等からなる混合ガスの雰囲気中で脱水・焼結して透明ガラス化することにより製造される。F 元素を添加することによって石英ガラスロッド 1 0 を純粋 SiO_2 ガラスに比べて低屈折率とすることができる。純粋 SiO_2

20

25

ガラスの屈折率を n_s 、石英ガラスロッド10の屈折率を n_r としたときの純粋 SiO_2 ガラスを基準とした石英ガラスロッド10の比屈折率差 $\Delta n_r = (n_r - n_s)/n_s$ のF元素濃度による違いを次表にまとめて示す。

F元素濃度	比屈折率差 Δn_r
0.6wt%	-0.2%
1.1wt%	-0.4%
1.4wt%	-0.5%
2.0wt%	-0.7%

5

また、ステップS2では、図3Bに示されるような石英ガラスパイプ20を用意する。この石英ガラスパイプ20は、図1に示される屈折率プロファイルを有する光ファイバの高屈折率のリングコア領域12となるべきものであり、例えば、内径10mm程度、外径24mm程度、長さ300mm程度の管形状であって、 SiO_2 ガラスを主成分として GeO_2 が添加されている。その GeO_2 濃度は、0.3mol%～30mol%程度である。 GeO_2 を添加することによって石英ガラスパイプ20を純粋 SiO_2 ガラスに比べて高屈折率とすることができる。石英ガラスパイプ20の屈折率を n_p としたときの純粋 SiO_2 ガラスを基準とした石英ガラスパイプ20の比屈折率差 $\Delta n_p = (n_p - n_s)/n_s$ の GeO_2 濃度による違いを次表にまとめて示す。

10

15

GeO_2 濃度	比屈折率差 Δn_p
11mol%	1.1%
12mol%	1.2%
15mol%	1.5%

この石英ガラスパイプ20の作製方法については後述する。なお、ステップS1およびステップS2は、順序が互いに逆であってもあるいは別途並行して行なってもよい。

20

ステップS3では、図3Cに示されるように、石英ガラスパイプ20の内側に

石英ガラスロッド 10 を挿入する。このとき、石英ガラスパイプ 20 と石英ガラスロッド 10 との間には、空隙が生じて構わない。ただし、中心コア領域 11 の楕円率が小さい光ファイバを得るには、この空隙が小さい方が好ましい。また、挿入前に、石英ガラスパイプ 20 および石英ガラスロッド 10 の双方または何れ
5 一方を適切な径となるまで加熱延伸してもよいし、また、石英ガラスパイプ 20 の内周面および石英ガラスロッド 10 の外周面の双方またはいずれか一方を HF 溶液で表面処理してもよい。なお、酸素・水素炎を使用して石英ガラスロッド 10 の加熱延伸を行う場合には、石英ガラスロッド 10 の表面に付着する水分を除去するため、HF 溶液で表面処理することは必須である。

10 ステップ S 4 では、ステップ S 3 で石英ガラスロッド 10 が挿入された石英ガラスパイプ 20 組立体を加熱し、図 3 D に示されるように一体化する。この加熱一体化工程では、 Cl_2 ガスまたは Cl_2 および O_2 の混合ガス雰囲気中で行われる。

ステップ S 5 では、ステップ S 4 で加熱一体化された石英ガラスパイプ 20 および石英ガラスロッド 10 を、図 3 E に示されるように純粋石英ガラスパイプ 30 の内側に挿入する。この純粋石英ガラスパイプ 30 は、光ファイバの低屈折率のクラッド領域 13 となるべきものである。なお、挿入前に、加熱一体化された石英ガラスパイプ 20 および石英ガラスロッド 10 を適切な径となるまで加熱延伸してもよいし、また、その外表面を HF 溶液で表面処理してもよい。なお、酸素・水素炎を使用して加熱一体化された石英ガラスパイプ 20 および石英ガラス
15 ロッド 10 の加熱延伸を行う場合には、加熱一体化された石英ガラスパイプ 20 および石英ガラスロッド 10 の表面に付着する水分を除去するため、HF 溶液で表面処理することが必須である。

そして、ステップ S 6 では、加熱一体化された石英ガラスロッド 10 と石英ガラスパイプ 20 とをステップ S 5 で純粋石英ガラスパイプ 30 に挿入して作成した組立体を加熱し、図 3 F に示されるように一体化する。以上で光ファイバ母材
20 の製造は終了する。このようにして製造された光ファイバ母材は、図 1 に示した

光ファイバの屈折率プロファイルと同様の屈折率プロファイルを有する。

この光ファイバ製造方法によれば、光ファイバの低屈折率の中心コア領域となるべき石英ガラスロッド10に所望量のF元素が添加される一方で、光ファイバの高屈折率のリングコア領域となるべき石英ガラスパイプ20にはF元素が添加
5 されることはなく、所望のリング型構造の屈折率プロファイルを有する光ファイバ母材を容易に製造することができる。

次に、石英ガラスパイプ20の作製方法について以下に4つの実施形態を説明する。

石英ガラスパイプ20の作製方法の第1の実施形態は、以下の通りである。図
10 4は、この第1の実施形態を説明するフローチャートであり、図5A～図5Cは、この第1の実施形態の各工程それぞれの終了時点における石英ガラスパイプ20の横断面図である。

まず、ステップS11では、図5Aに示されるように、例えば内径10mmで外径20mmの石英ガラスパイプを出発パイプ21として、その出発パイプ21の外
15 周面上に GeO_2 および SiO_2 からなるスス体20AをVAD法により合成する。次に、ステップS12において、これを脱水・焼結して図5Bに示されるように透明ガラス体として、これを加熱延伸する。さらに、ステップS13では、濃度5%～50%のHF溶液を用いた溶解、または、 SF_6 ガス等を用いた気相エッチングにより、透明ガラス体のうち出発パイプ21の部分除去して図5Cに示されるように内
20 径12mm、外径24mm、長さ300mmの石英ガラスパイプ20を作製する。

なお、石英ガラスパイプを出発パイプとし、その出発パイプの内周面上に GeO_2 および SiO_2 からなるスス体を合成して透明ガラス化し、外周面を表面から数mm
程度減じてOH基混入部分を除去して、これを石英ガラスパイプ20としてもよい。この場合、出発パイプを全て除去する必要はなく、残存した出発パイプの部
25 分はクラッド領域13となる。

石英ガラスパイプ20の作製方法の第2の実施形態は以下の通りである。図6

は、この第2の実施形態を説明するフローチャートであり、図7A～図7Cは、この第2の実施形態の各工程それぞれの終了時点における石英ガラスパイプ20の横断面図である。

5 まず、ステップS21において、図7Aに示されるような、例えば外径40mmで長さ300mmのロッド状の GeO_2 および SiO_2 からなるスス体20BをVAD法により合成する。次に、ステップS22においては、これを脱水・焼結して図7Bに示されるような透明ガラス体20Cとする。ステップS23においては、超音波穴あけ機等を用いて、この透明ガラス体20Cの中心軸に沿って穿孔して内径10mmの孔をあけてパイプ化し、このパイプを加熱延伸して、図7Cに示されるように内径6mmで外径24mmの石英ガラスパイプ20を作製する。

10 石英ガラスパイプ20の作製方法の第3の実施形態は以下の通りである。図8は、この第3の実施形態を説明するフローチャートであり、図9A～図9Dは、この第3の実施形態の各工程それぞれの終了時点における石英ガラスパイプ20の横断面図である。

15 まず、ステップS31において、出発ロッド22を用意して、その出発ロッド22の外周面上に図9Aに示されるように GeO_2 および SiO_2 からなるスス体20DをVAD法により合成する。次に、ステップS32においては、これを脱水・焼結して図9Bに示されるように、透明ガラス体とする。ステップS33では、超音波穴あけ機等を用いて、この透明ガラス体のうちの出発ロッド22の部分を中心軸に沿って穿孔して、その出発ロッド22の外径より僅かに小さい内径の孔をあけて図9Cに示されるようにパイプ化する。ステップS34では、濃度5%～50%のHF溶液を用いた溶解、または、 SF_6 ガス等を用いた気相エッチングにより、出発ロッド22の残留部分を図9Dに示されるように除去する。このようにして、石英ガラスパイプ20を作製する。

25 石英ガラスパイプ20の作製方法の第4の実施形態は以下の通りである。図10は、この第4の実施形態を説明するフローチャートであり、図11A～図11

Cは、この第4の実施形態の各工程における石英ガラスパイプ20の縦断面図である。

まず、ステップS41において、図11Aに示されるように、VAD法でシングルモードファイバ用のスス体を合成するのと同じ要領でスス体を合成したうえで、
5 ステップS42において、さらにこれを加熱して透明ガラス化し、図11Bに示されるように、パイプ状の石英ガラス領域20Eの軸中心近傍に GeO_2 が添加されている領域20F（リングコア領域12になる）を有する石英ガラスロッドを得る。ステップS43においては、このガラスロッドを不活性ガス雰囲気中で融点よりやや低い軟化温度である 1500°C 以上に加熱したうえで、図11Cに示されるように、中心軸に沿って耐熱材料、例えばタングステン、アルミナあるいは炭素製のロッド30を差し込むことにより、ガラスロッドを組成変形させて、中心軸に沿って開口を形成し（ピアシング）、図11Dに示されるような石英ガラスパイプを得る。ステップS44においては、この石英ガラスパイプの表面を濃度5%~50%のHF溶液を用いた溶解、または、 1000°C 以上にこの石英ガラスパイプを加熱したうえで、 SF_6 ガス等を用いた気相エッチングにより処理することにより、内周面を最低 $10\mu\text{m}$ 以上除去して滑らかにする。これにより、処理後は内面粗さが $10\mu\text{m}$ 以下の石英ガラスパイプ20が得られる。なお、ステップS41、S42に替えて、石英ガラスパイプの内周面にMCVD法で $\text{SiO}_2\text{--GeO}_2$ ガラス層を堆積し、このパイプにロッド30を差し込んで開口を拡大してもよい。

20 本発明者らは、図11Bの外径 20mm ~ 150mm で、20E部外径/20F部外径比が $1.1\sim 20$ の各種の石英ガラスロッドを用いて第4の実施形態のガラスパイプ作製方法により各種のガラスパイプを製作した。その結果、得られた中空ガラスパイプは、偏心率（（最大肉厚-最小肉厚）/外径）が1%未満であり、長手方向における領域20Fの外径変動は5%以下、内径、外径それぞれの非円率は1%以下であって、精度良く中空ガラスパイプを製作できることが確認された。

25 次に、本発明に係る光ファイバ母材製造方法に従って製造された光ファイバ母

材を線引して得られた光ファイバの諸特性について評価した結果について述べる。

ここでは、石英ガラスロッド 10 としては、F 元素濃度が 1.1wt% で比屈折率差 Δn^- が -0.4% のものを電気炉で加熱延伸して外径 8.5mm とし、これを濃度 10% の HF 溶液により外径 8mm に加工したものをを用いた。また、石英ガラスパイプ 20 は、上記第 1 の実施形態に従って作製されたものであって、 GeO_2 濃度が 12mol% で比屈折率差 Δn^+ が 1.2% のものであり、内径 12mm で外径 24mm である。石英ガラスロッド 10 を石英ガラスパイプ 20 に挿入した状態で Cl_2 ガス、または、 Cl_2 ガスと O_2 ガスの混合ガス雰囲気中で加熱し両者を一体化した。石英ガラスロッド 10 および石英ガラスパイプ 20 が一体化されたロッドを加熱延伸して外径 10mm とし、さらに、HF 溶液を用いて表面処理して外径 6.2mm とした。これを純粋石英ガラスパイプ 30 に挿入して加熱一体化して光ファイバ母材を製造した。そして、この光ファイバ母材を線引して外径 125 μm の光ファイバを得た。

このようにして得られた光ファイバのコア領域の外径 2 a は 4.9 μm であり、リングコア領域の外径 2 b は 7.5 μm であった。この光ファイバの諸特性は以下の通りであった。波長 1550nm における伝送損失は 0.21dB/km であり、モードフィールド径は 7.4 μm であり、零分散波長は 1580nm であり、波長分散スロープは 0.088ps/nm²/km であり、実効断面積は 86 μm^2 であり、径 20mm における曲げ損失は 0.02dB/m であり、偏波モード分散は 0.08ps/km^{1/2} であった。つまり、波長 1.55 μm 付近に零分散波長を有する分散シフト光ファイバであって、伝送損失や曲げ損失が小さく、実効断面積が大きい光ファイバが得られた。つまり、本発明の光ファイバ母材の製造方法を用いて製造した光ファイバ母材から非線形光学現象が発生し難く、優れた特性を有する光ファイバを好適に作製することができることを確認した。

本発明は、上記実施形態に限定されるものではなく種々の変形が可能である。本発明に係る光ファイバ母材の製造方法により製造される光ファイバ母材の屈折率プロファイルすなわちこの光ファイバを用いて製造される光ファイバの屈折率

プロファイルは、図1に示される屈折率プロファイルを有するものに限られない。
図1 2 A～図1 2 Dは、本発明に係る光ファイバ母材の製造方法によって好適に
作製できる光ファイバ母材のその他の屈折率プロファイルをそれぞれ示している。
例えば、図1 2 Aおよび図1 2 Bに示されるようにリングコア領域1 2の屈折率
5 プロファイルが一様ではなく、径方向に変化するものであってもよい。このよう
なリングコア領域1 2は、石英ガラスパイプ2 0を上述の第1～第4の実施形態
により製造する際に、 GeO_2 と SiO_2 の比率を変化させながらスス体を合成するこ
とで、形成され得る。また、図1 2 Cに示されるように内部クラッド領域1 3の
屈折率分布が一様でなく、径方向に変化するものであってもよい。このような内
10 部クラッド領域1 3を有する光ファイバ母材を製造するには、このような屈折率
分布を有する石英ガラス管の内表面に GeO_2 と SiO_2 からなるスス体を合成するこ
とで形成され得る。さらに、図1 2 Dに示されるように、中心コア領域1 1の屈
折率が径方向に曲線的に変化するものであってもよい。このような中心コア領域
1 1を有する光ファイバ母材を製造するには、このような屈折率分布を有するガ
15 ラスロッドを石英ガラスロッド1 0として用いればよい。

さらに、図1や図1 3 Aに示されるようにリングコア領域1 2は1つに限られ
るものではなく、図1 3 Bや図1 3 Cに示されるようにリングコア領域を多重に
設けてもよい。これら何れの屈折率プロファイルを有する光ファイバ母材も、本
発明に係る光ファイバ母材製造方法により好適に製造され得る。このような屈折
20 率プロファイルを有する光ファイバ母材を製造するには、それぞれの屈折率プロ
ファイルを有する内径2 aで外径2 bの石英ガラスパイプ2 0を用いる。そして、
これらの屈折率プロファイルを有する石英ガラスパイプ2 0を作製する際には、
 GeO_2 、 SiO_2 、F元素のそれぞれの混合比率を高屈折率が必要な領域を形成する
際には GeO_2 の濃度が高くなるように、低屈折率が必要な領域を形成する際には
25 F元素の濃度が高くなるように変化させながら、スス体を堆積させて合成すれば
よい。

産業上の利用可能性

- 本発明によれば、所望のリング型構造の屈折率プロファイルを有する光ファイバ母材を容易に製造することができる。したがって、線引した光ファイバも所望の屈折率プロファイルが得られ、リング部に過剰の GeO_2 を添加することなく、
- 5 光ファイバの伝送損失が小さく、非線形光学現象が発生し難い。特に分散シフト光ファイバを作製するための光ファイバ母材の製作に好適に適用可能である。

請求の範囲

1. 純粋石英ガラスの屈折率より大きい屈折率を有する領域を含む管形状の石英ガラスパイプの内側に、F元素が添加された円柱形状の石英ガラスロッドを挿入する挿入工程と、
5 前記挿入工程により挿入状態にある前記石英ガラスパイプおよび前記石英ガラスロッドを加熱し一体化する加熱一体化工程と、
を備えることを特徴とする光ファイバ母材製造方法。
2. 出発パイプの外周面上に GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、
10 前記出発パイプの外周面上の前記スス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、
前記透明ガラス体のうち前記出発パイプの部分を除去して前記石英ガラスパイプを作製する除去工程と、
を更に備えることを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材製造方法。
3. ロッド状の GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、
15 前記スス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、
前記透明ガラス体の中心軸に沿って穿孔して前記石英ガラスパイプを作製する穿孔工程と、
を更に備えることを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材製造方法。
4. 出発ロッドの外周面上に GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、
20 前記スス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、
前記透明ガラス体のうち前記出発ロッドの部分を除去して前記石英ガラスパイプを作製する除去工程と、
を更に備えることを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材製造方法。
5. ロッド状の GeO_2 および SiO_2 のスス体を合成するスス体合成工程と、
25

- 前記スス体を脱水・焼結して透明ガラス体とする透明ガラス化工程と、
前記透明ガラス体を軟化温度以上に加熱して該透明ガラス体の中心軸に沿って
該軟化温度より融点の高いロッドを挿入することにより前記石英ガラスパイプを
作成するパイプ化工程と、
- 5 を更に備えることを特徴とする請求項 1 記載の光ファイバ母材製造方法。

図 1

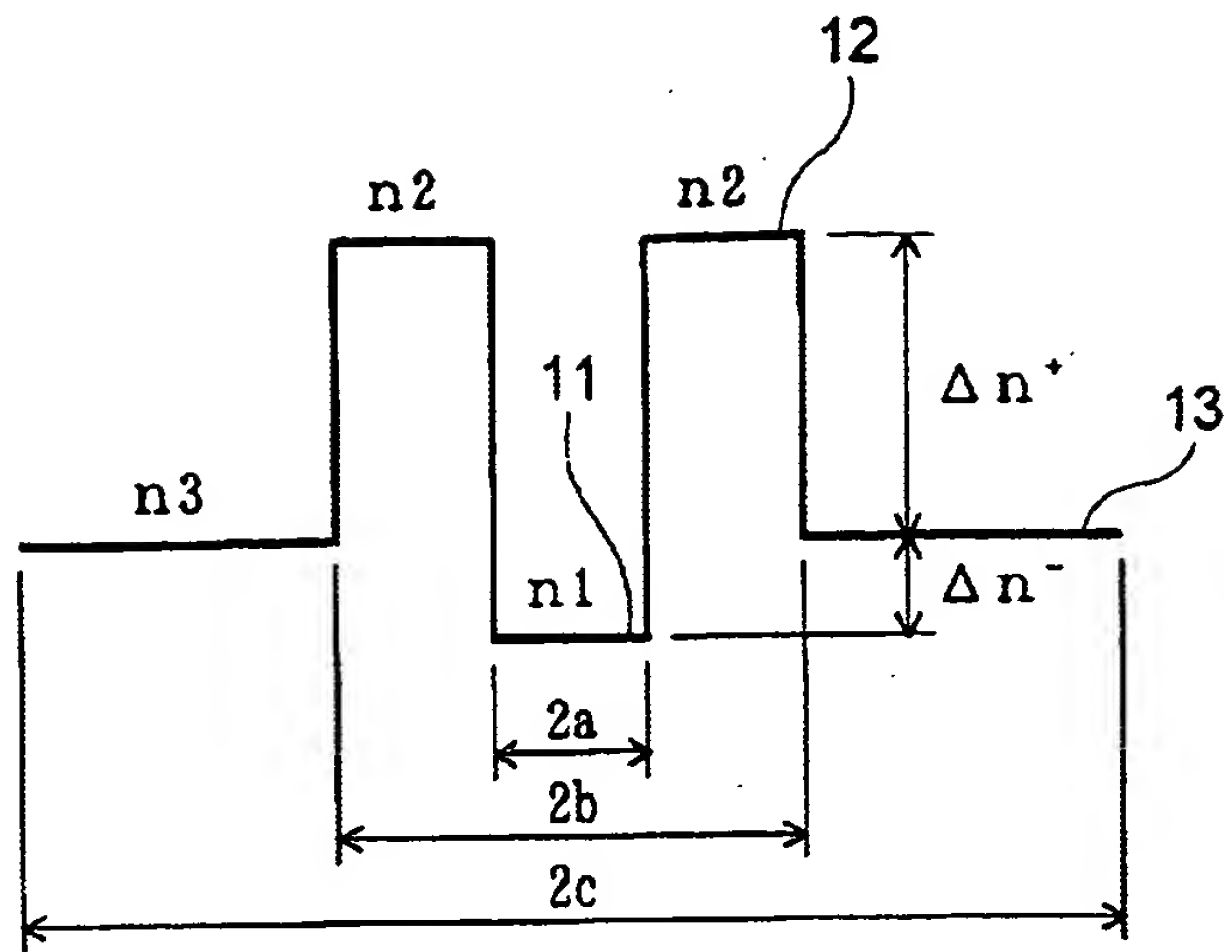


図2

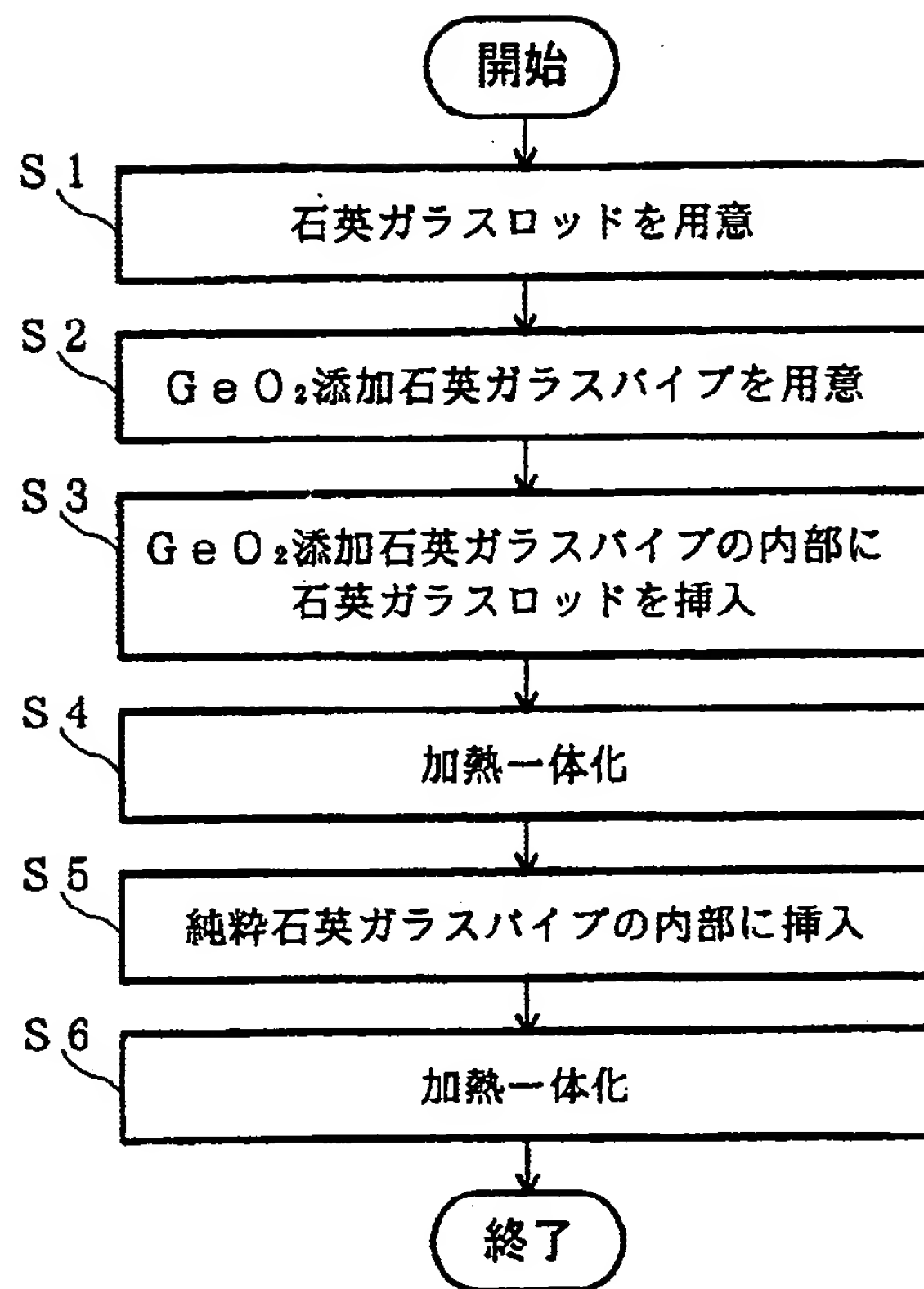


図3A



図3B

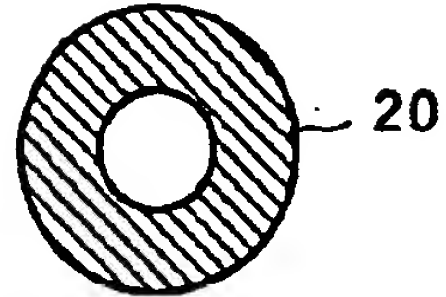


図3C

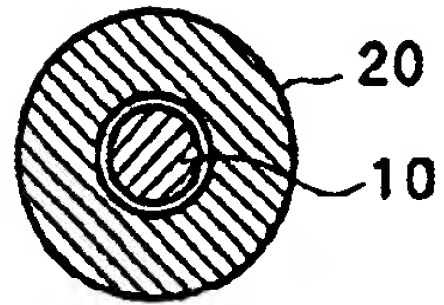


図3D

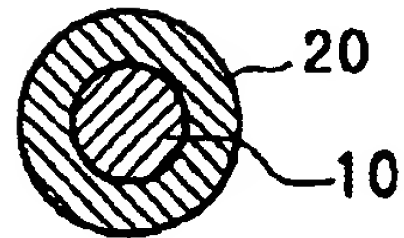


図3E

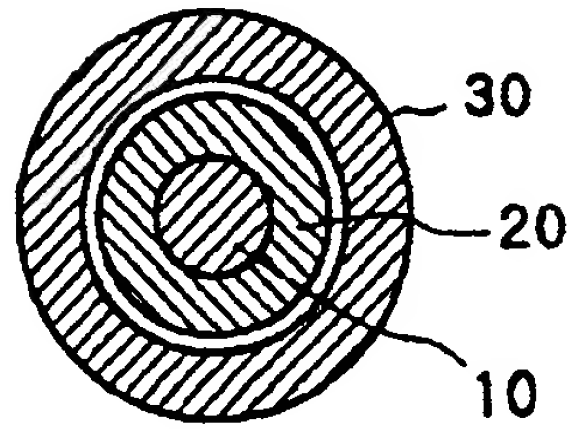


図3F

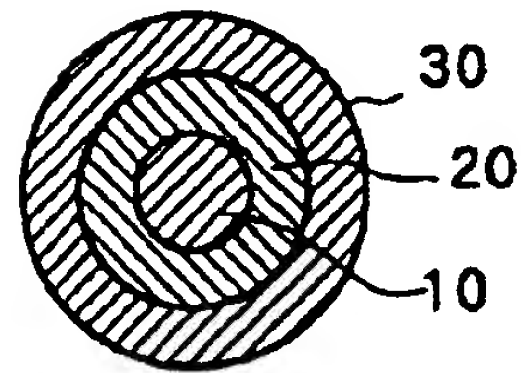


図4

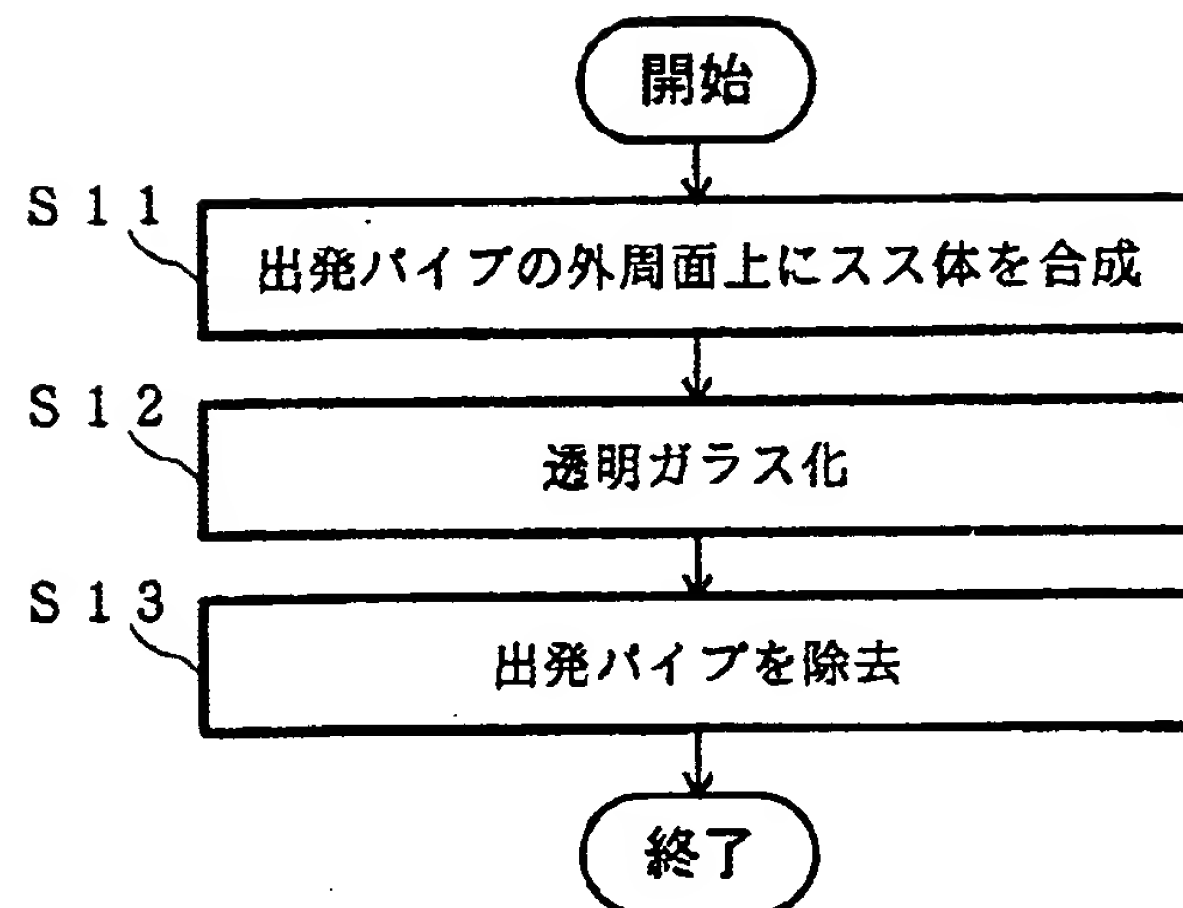


図5A

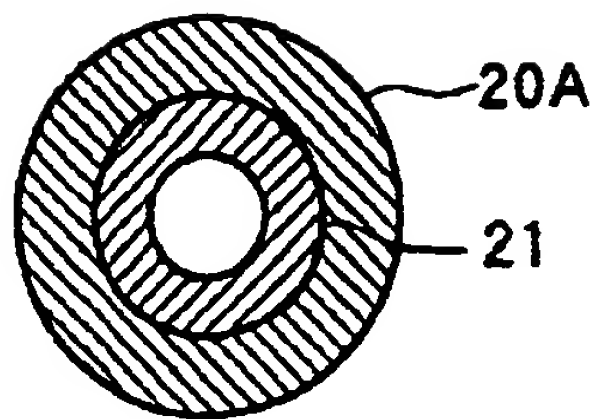


図5B

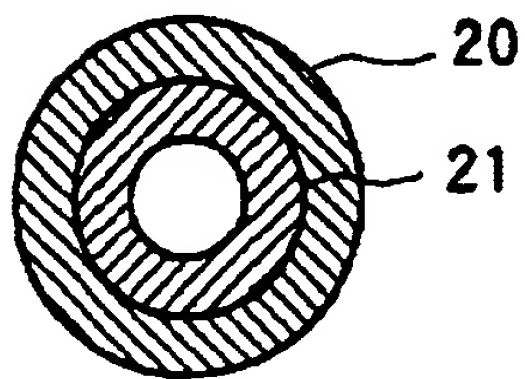


図5C

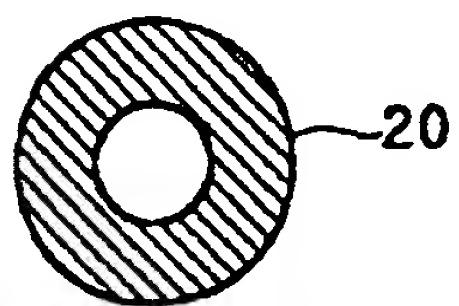


図6

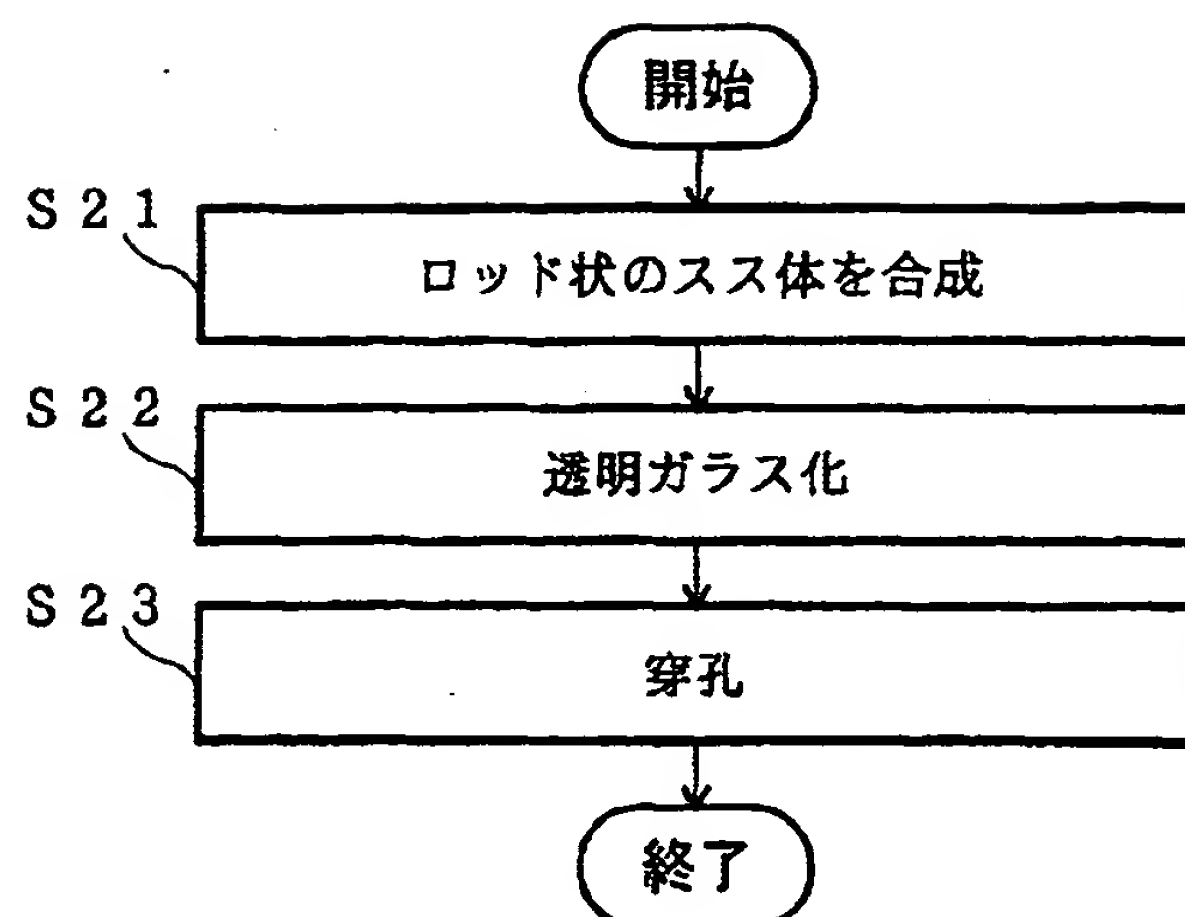


図7A

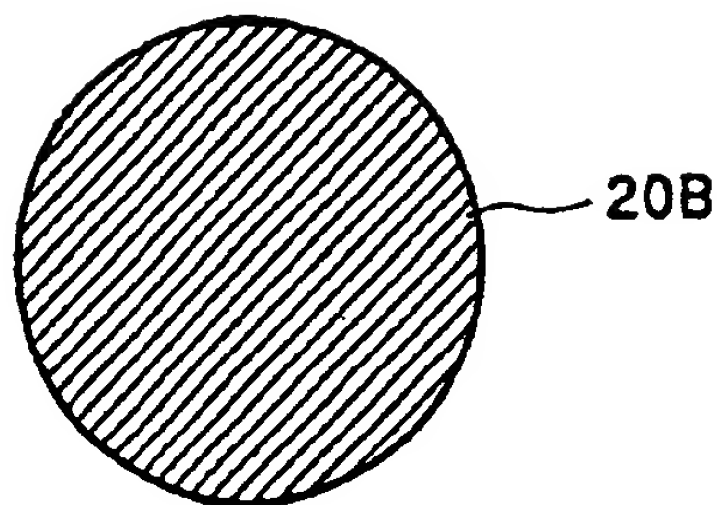


図7B

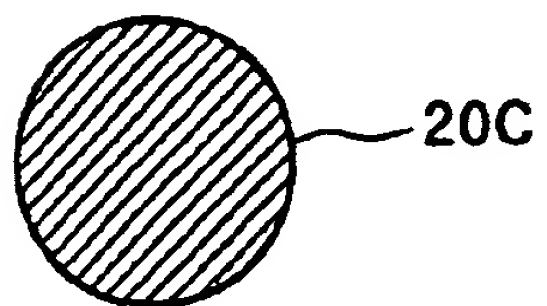


図7C

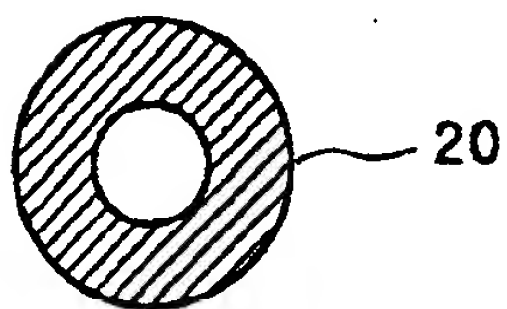
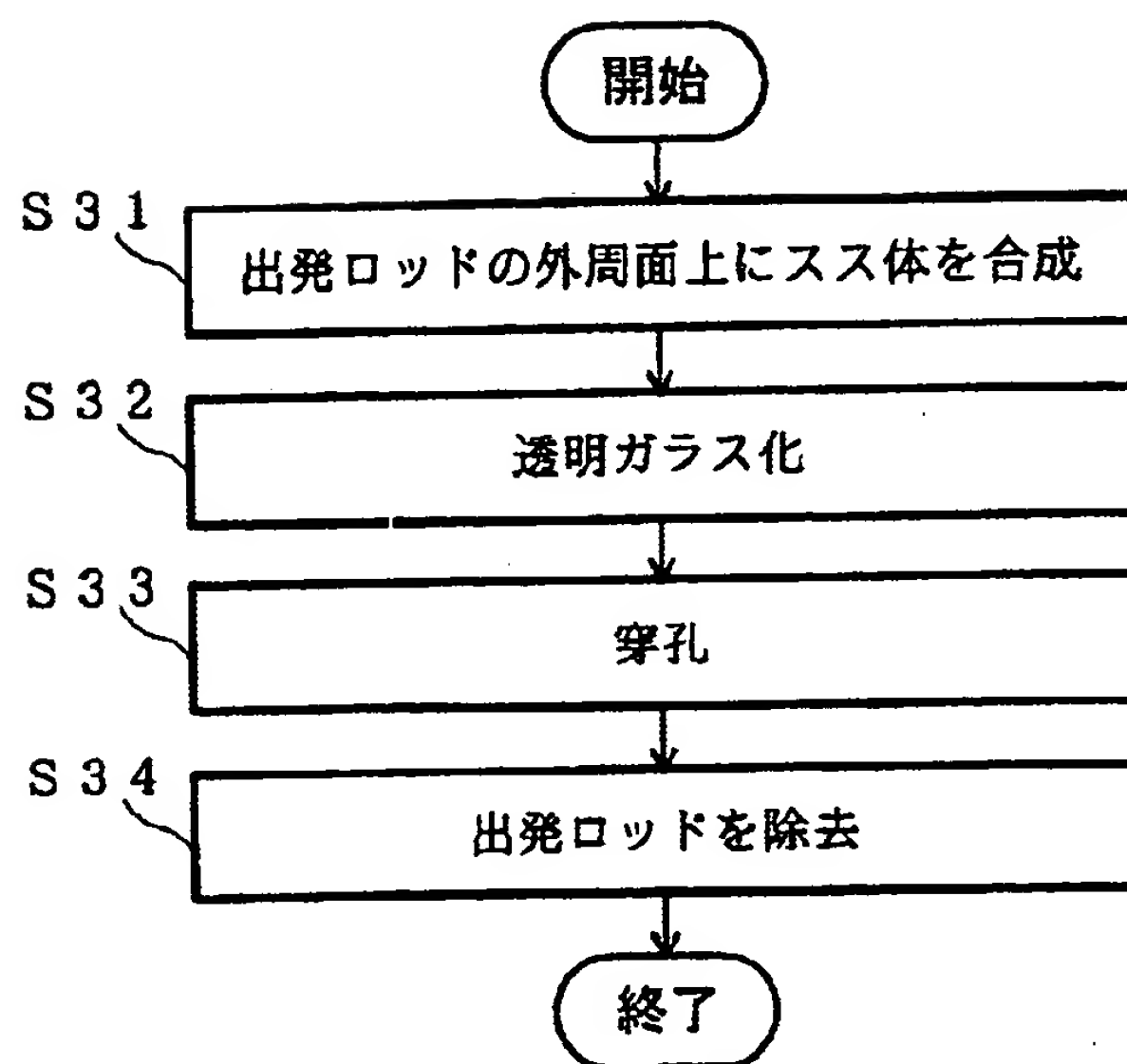


図8



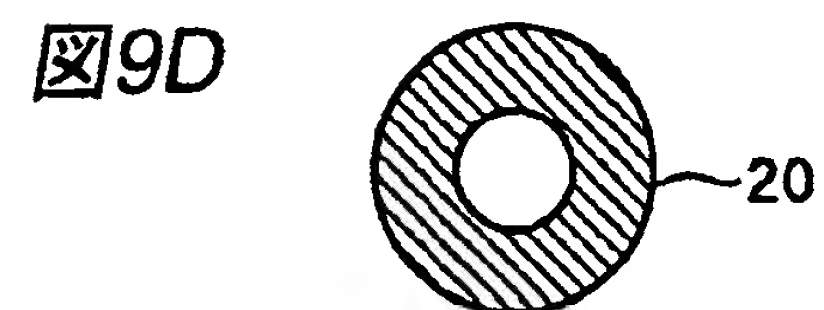
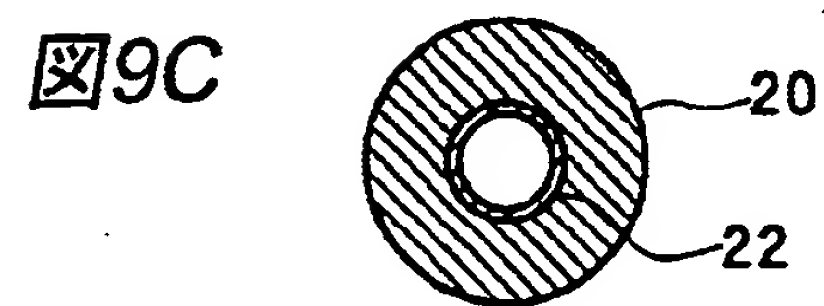
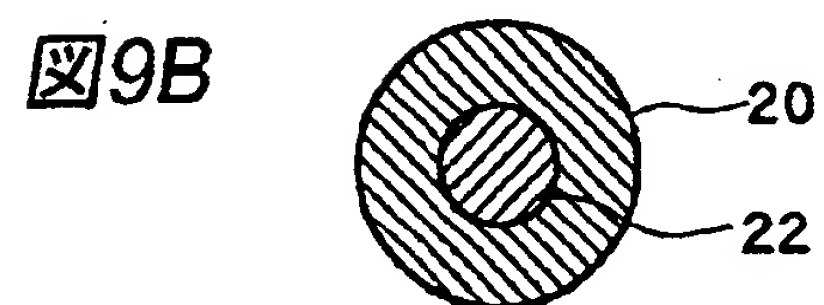
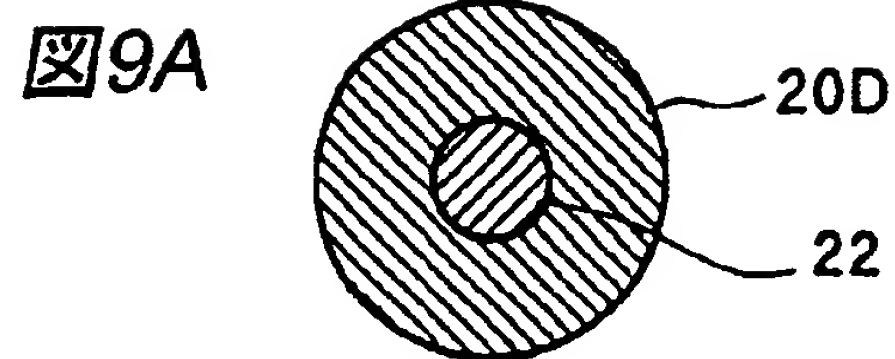


図10

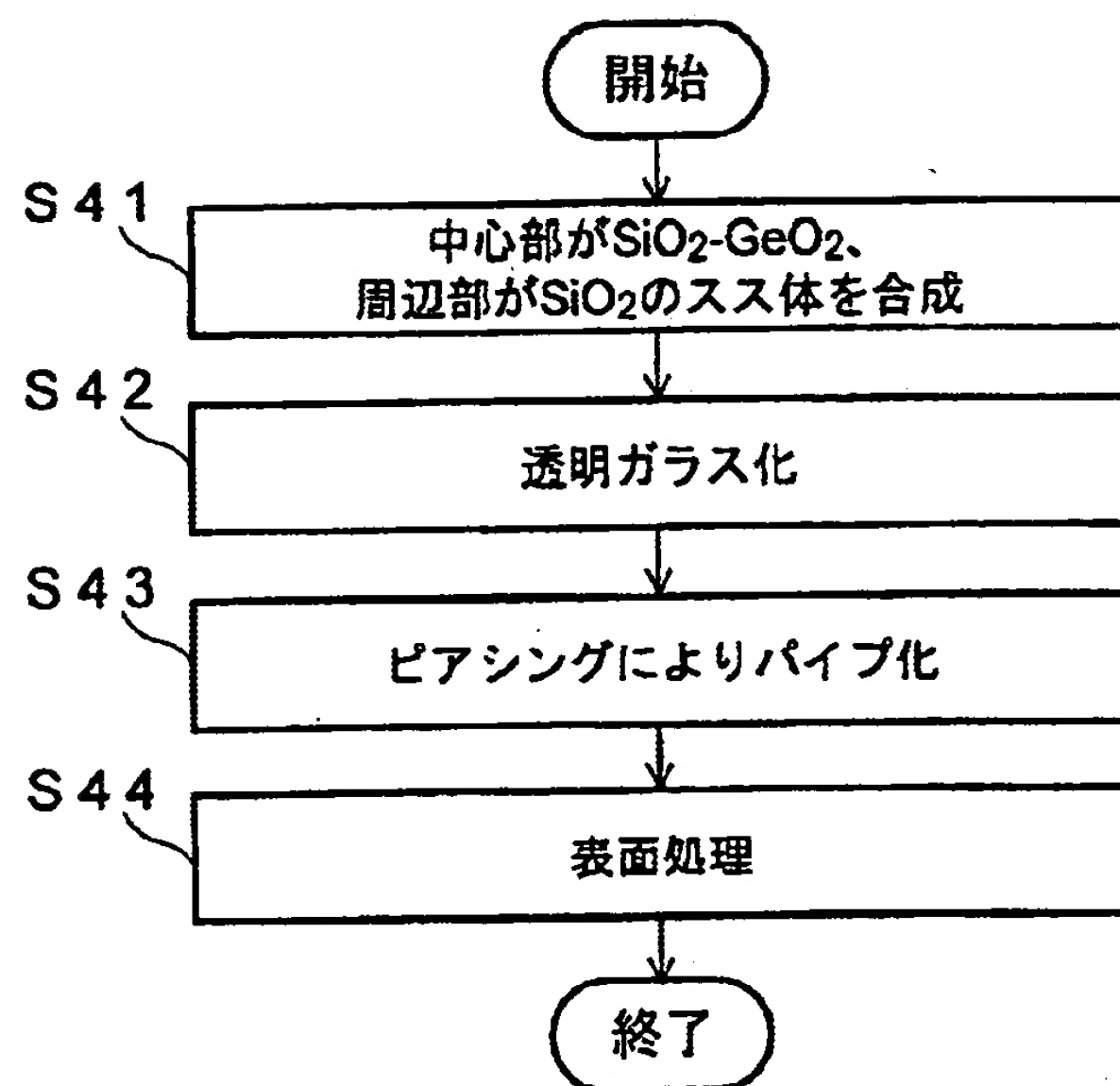


図11A

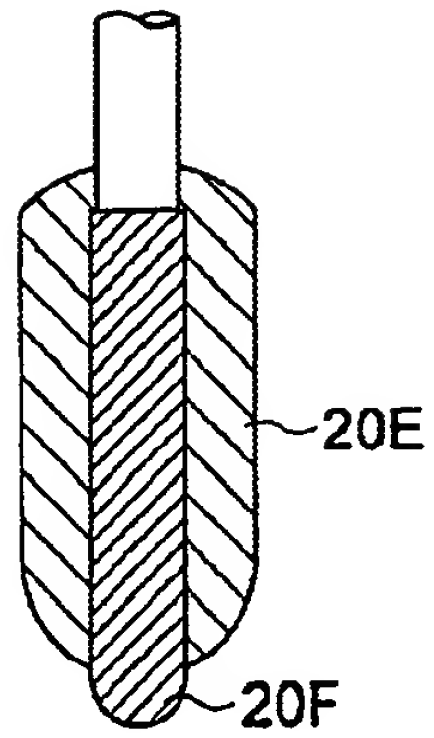


図11B

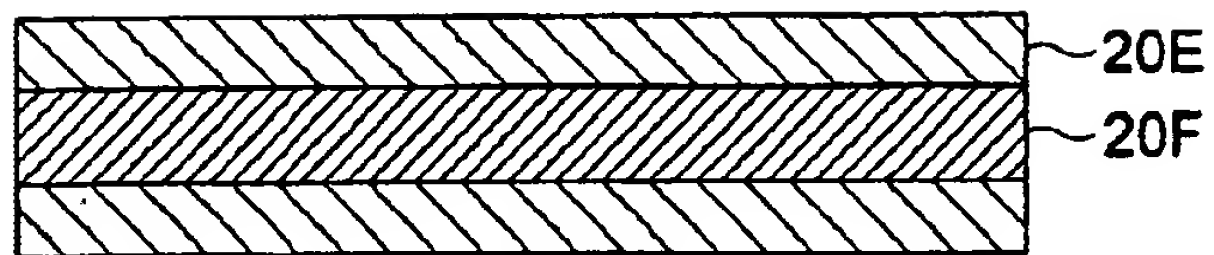


図11C

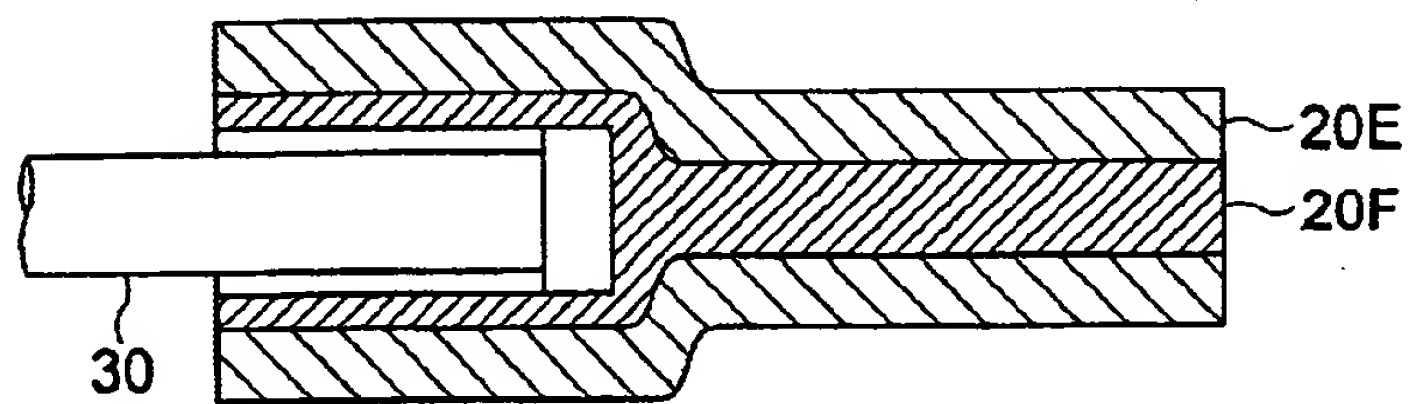


図11D

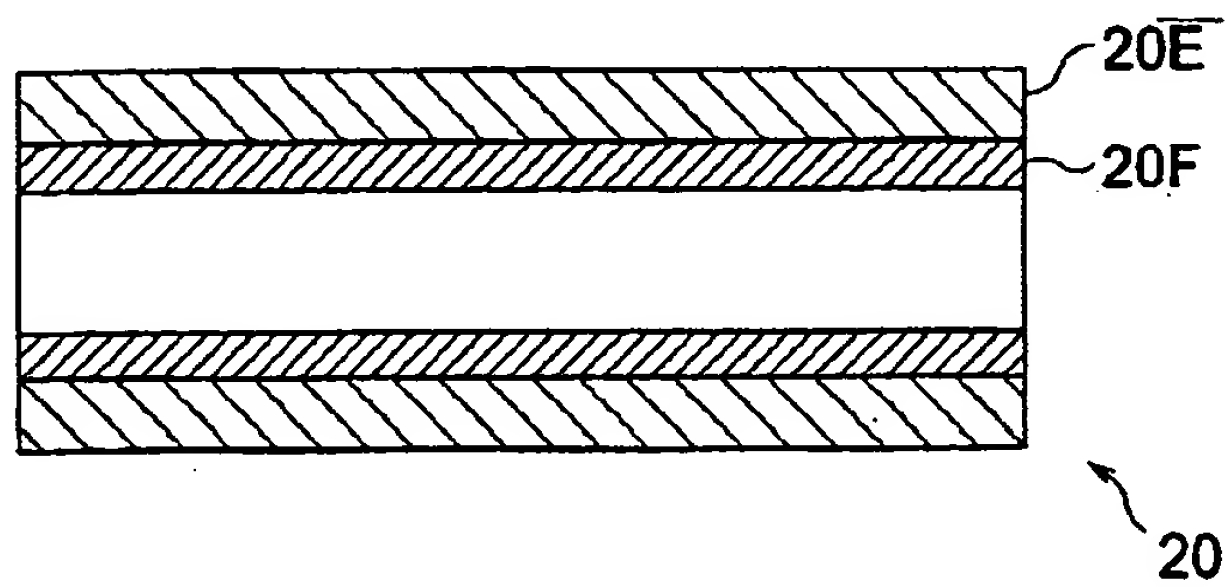


図12A

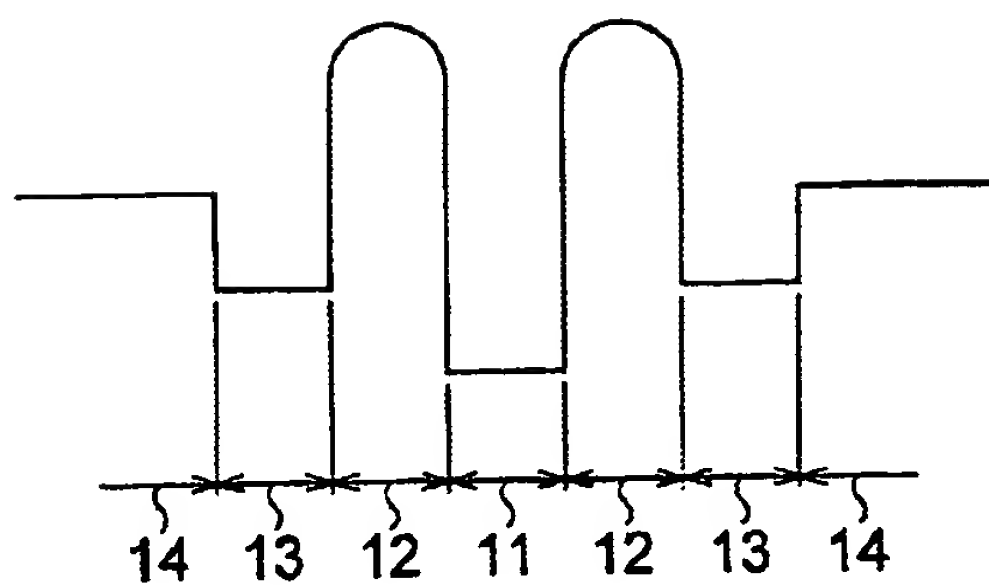


図12B

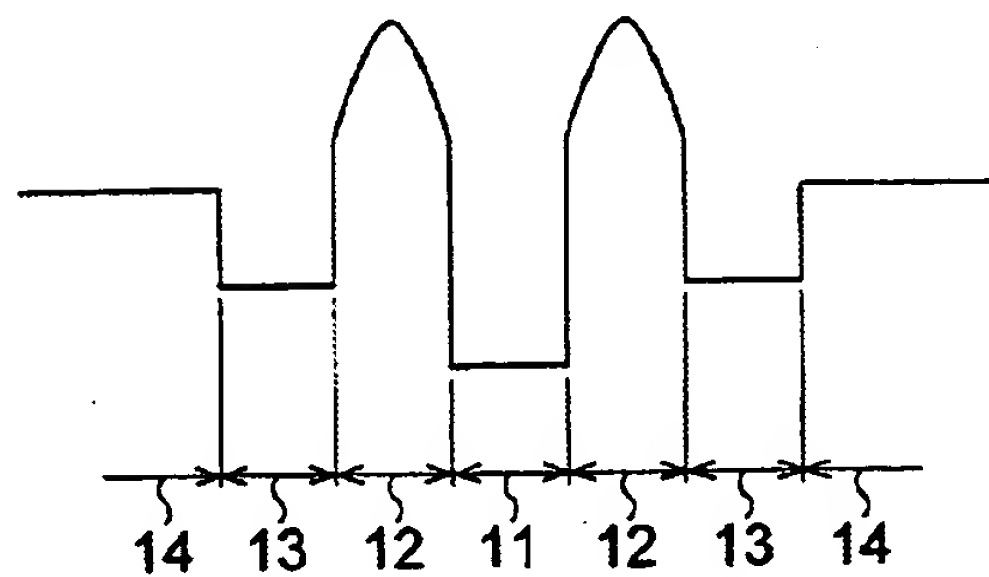


図12C

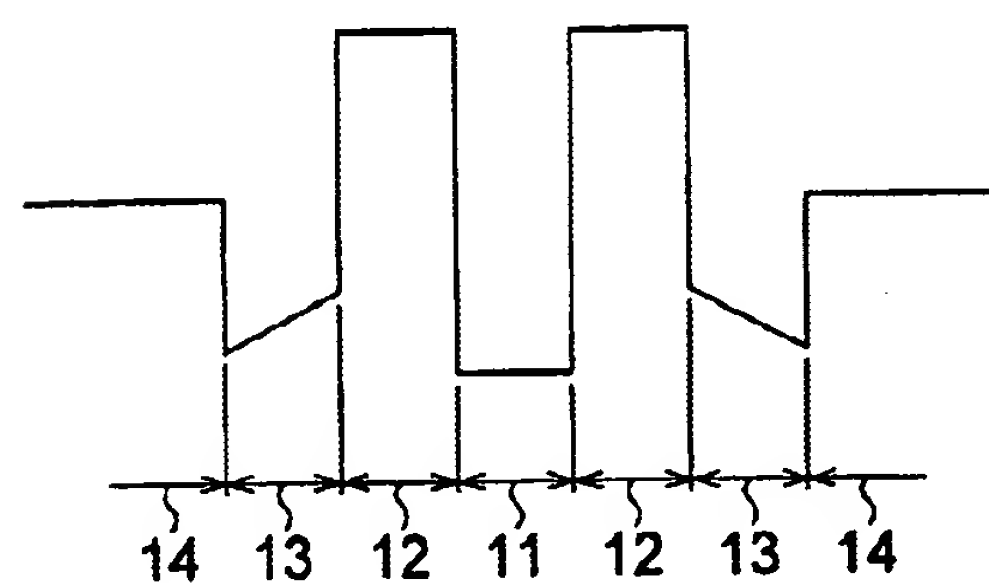


図12D

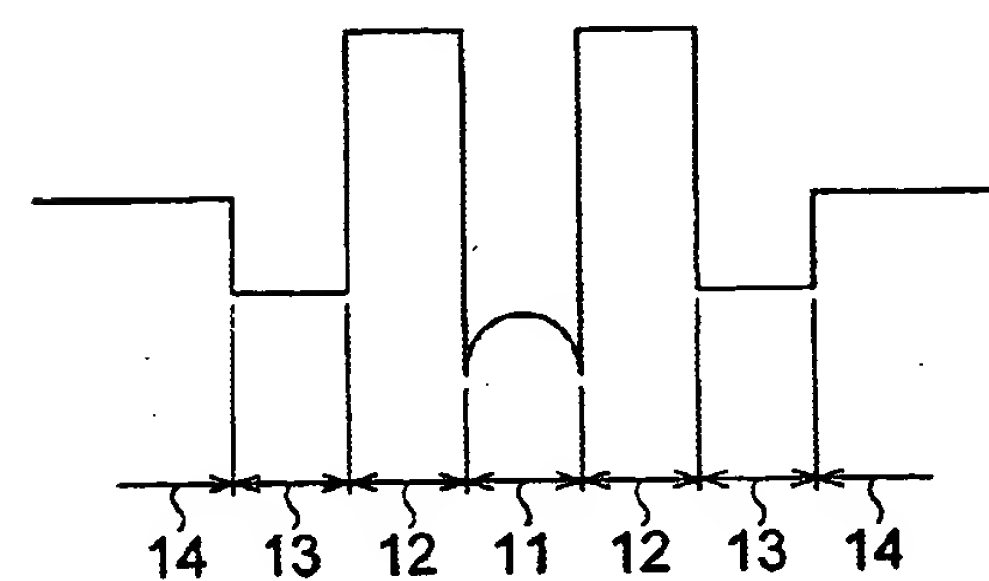


図13A

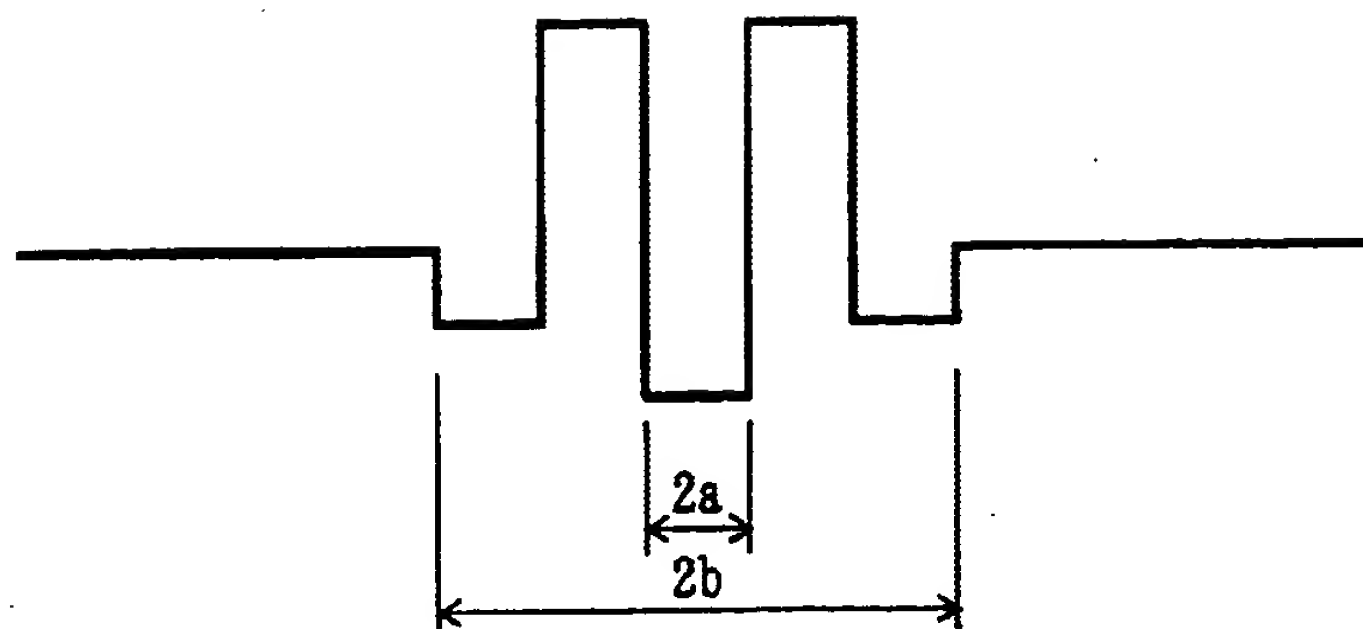


図13B

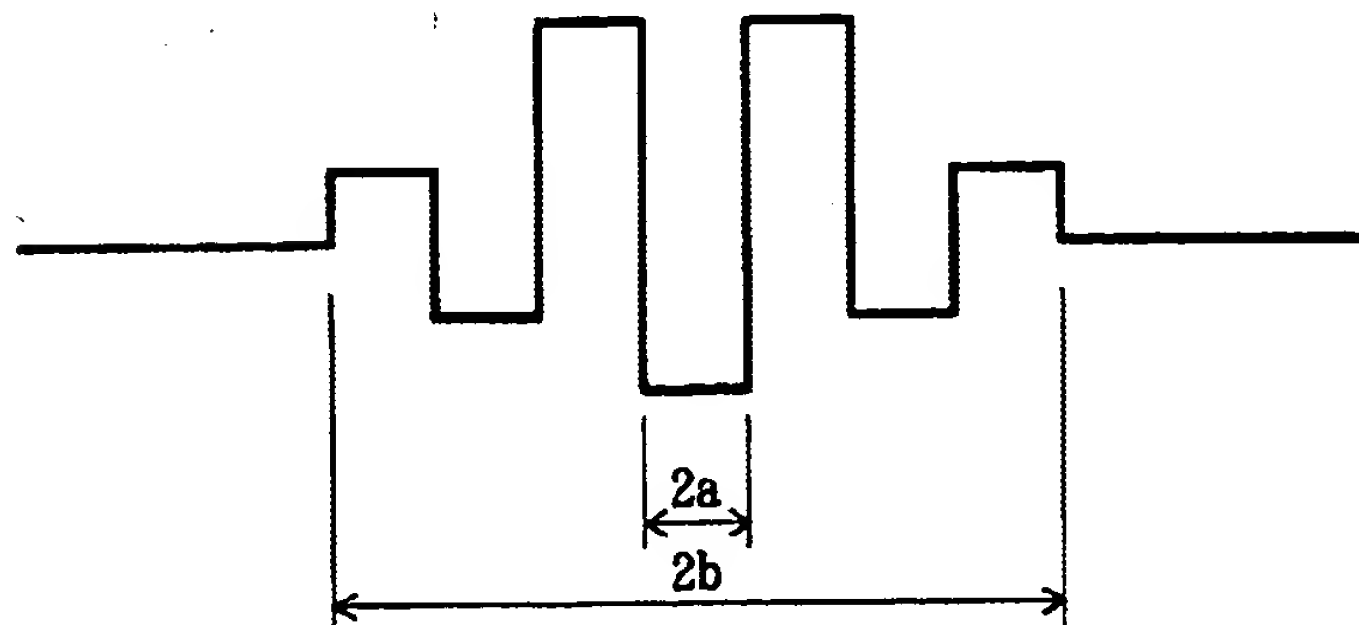
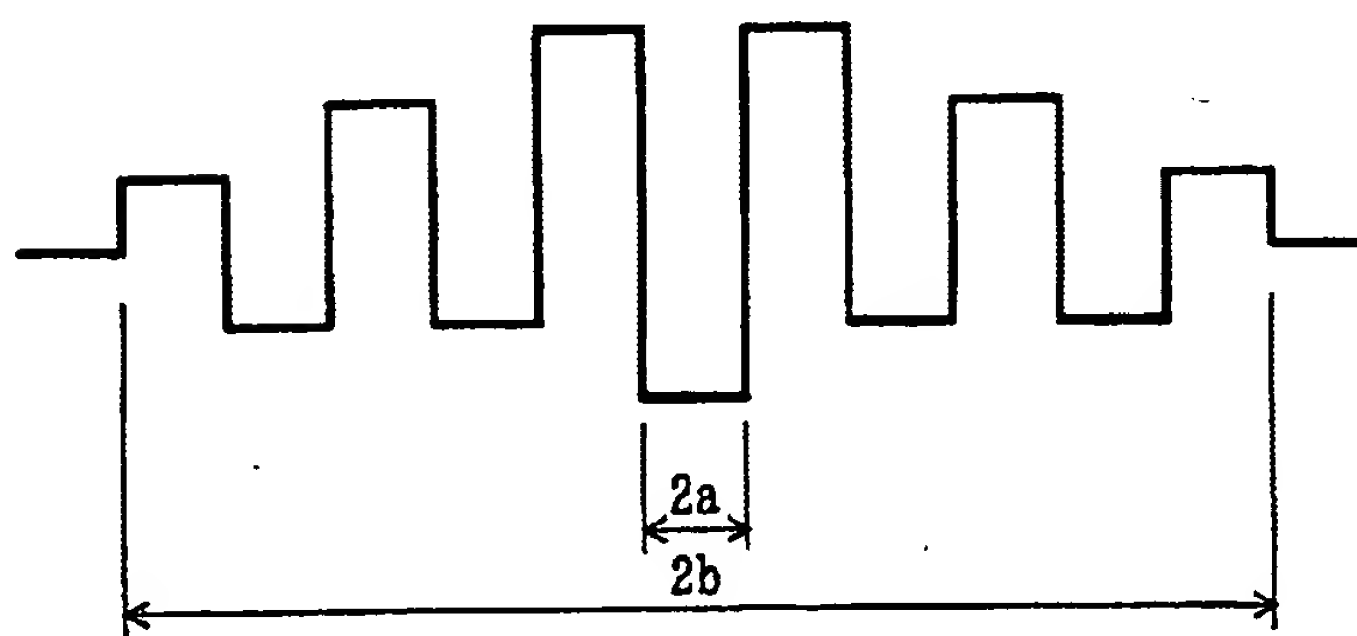


図13C



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP98/05181

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁶ C03B37/012, G02B6/22

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁶ C03B37/012, G02B6/22

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1998

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1998 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1998

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 05-058662, A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 9 March, 1993 (09. 03. 93), Claims (Family: none)	1-5
A	JP, 02-180727, A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 13 July, 1990 (13. 07. 90), Claims (Family: none)	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
4 February, 1999 (04. 02. 99)Date of mailing of the international search report
16 February, 1999 (16. 02. 99)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int Cl ⁹ C03B37/012, G02B6/22		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int Cl ⁹ C03B37/012, G02B6/22		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-1998年 日本国登録実用新案公報 1994-1998年 日本国実用新案登録公報 1996-1998年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 05-058662, A(古河電気工業株式会社) 09. 03月. 1993 (09. 03. 93) 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-5
A	JP, 02-180727, A(古河電気工業株式会社) 13. 07月. 1990 (13. 07. 90) 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-5
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 04. 02. 99	国際調査報告の発送日 16.02.99	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 山田 勇毅 電話番号 03-3581-1101 内線 3417	